

СЕКЦИЯ 3. ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ЛЕГКИЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ ОБРАБОТКИ. НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ И КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ: ПОЛУЧЕНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОГО АКТИВИРОВАНИЯ НА СВС В СИСТЕМЕ Ti-SiC-C

Шкодич Н.Ф.

Руководитель – проф., д.ф.-м.н. Рогачев А.С.

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН,
г. Черноголовка
N.F.Shkodich@mail.ru

На всём протяжении развития материаловедения существовала проблема создания материалов с лучшими механическими и трибологическими характеристиками, так как они являются основным фактором, способствующим развитию науки и техники. Композиционные материалы со слоистой структурой в настоящее время являются наиболее приемлемой альтернативой высокотемпературным металлическим сплавам.

Создание материалов с микрокристаллической структурой, обладающих высоконеравновесным состоянием, также позволит повысить их удельные характеристики. Являясь одним из наиболее простых с точки зрения аппаратного оформления методов воздействия на СВС, предварительная механическая активация может служить эффективным средством, позволяющим целенаправленно влиять на структурное состояние реакционной шихты и параметры СВС, обеспечивая тем самым возможность регулирования механизмов фазо- и структурообразования материалов в процессе синтеза.

В качестве объекта исследования была выбрана система Ti-SiC-C. Шихтовая смесь готовилась на основе титана, карбида кремния и углерода (графит) в заданном стехиометрическом соотношении согласно реакции:



Смеси $3\text{Ti} + \text{SiC} + \text{C}$ приготавливалась сухим смешением исходных компонентов в требуемых весовых пропорциях в фарфоровых ступках. Предварительную механическую активацию реакционных смесей проводили в шаровой планетарной мельнице АГО-2 с водяным охлаждением в среде аргона (центростремительное ускорение шаров 90g).

Данные составы в заданных массовых соотношениях загружались в барабаны мельницы вместе с измельчающими телами. Шихта подвергалась обработке при соотношениях масс шаров (Ш) и материала (М) Ш : М = 20:1. Продолжительность помола составляла 20 секунд, 40 секунд, 1, 3, 6, 9, 12, 15, 20, 25, 30 минут.

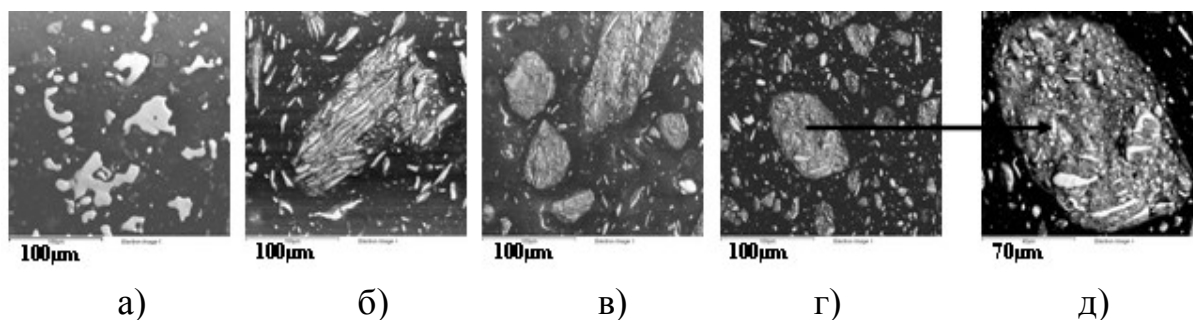


Рисунок 1. Микроструктура реакционной смеси $3\text{Ti} + \text{SiC} + \text{C}$ в процессе механической активации:

а) 0 минут, б) 3 минуты, в) 9 минут, г) и д) 20 минут

На ранних временах механической активации (рисунок 1) происходит образование отдельных агломератов, композитных частиц, причем их распределение в смеси $3\text{Ti} + \text{SiC} + \text{C}$ не равномерно по всему объему. Дальнейшая активация приводит к росту, ранее образовавшихся композитных частиц и одновременно уменьшению содержания частиц исходных компонентов, затем происходит дробление образовавшихся кластеров на более мелкие.

Продукты из активированных смесей $3\text{Ti} + \text{SiC} + \text{C}$ получали методом СВС. Экспериментальные исследования температуры и скорости горения проводились в камере постоянного давления в атмосфере аргона при давлении 1 атм. На ранних временах механической активации наблюдалось увеличение скорости горения смеси. После трех минут активации скорость горения стремительно уменьшалась и к 9ти минутам составила 0,22 см/с. После 12ти минут активации образец поджечь не удалось. С увеличением времени механической активации наблюдалось уменьшение температуры горения с 1698 °С (для неактивированного образца) до 1330 °С (для образца, активированного 12 минут).

Экспериментальное исследование структурных характеристик активированных порошков, а также их СВС-продуктов были выполнены методом рентгеноструктурного анализа в Университете Эрланген-Нюрнберг на кафедре кристаллографии и структурной физики (Германия, Эрланген).

Прецизионные дифракционные исследования активированных порошков выполняли в $\text{CuK}\alpha 1$ -излучении на автоматизированном Huber Guinier дифрактометре. Измерения проводили при напряжении в трубке 40 кВ и токе 30 мА в режиме пошагового сканирования с $\Delta(2\theta) = 0,02^\circ$ и в

интервале углов 2θ от 8 до 90 °. Полуширину функции разрешения прибора определяли в специальном эксперименте на стандартном (NIST Standart Reference Powder 660a) порошкообразном образце гексаборида лантана LaB₆.

Интенсивность дифракционных пиков Ti с увеличением времени механической активации уменьшается и происходит их уширение. Дифракционные рефлексы, соответствующие SiC и C с увеличением времени активации стремительно уширяются и уже после непродолжительной механической активации интенсивности пиков SiC и C были сравнимы с уровнем фона. Данное явление свидетельствует о разрушении кристаллической структуры карбида кремния и аморфизации углерода в процессе механической активации.

Уточнение кристаллической структуры Ti + SiC + C обеспечивалось применением метода Ритвельда, основанный на нахождении степени соответствия между измеренной и теоретической дифрактограммой, вычисленной по модели предполагаемой структуры. Вычисление (уточнение) параметров кристаллической решетки – межплоскостных расстояний и углов между атомными плоскостями исследуемого кристаллического вещества проводилось с использованием статистических моделей.

Методом полнопрофильного анализа (метод Ритвельда) с помощью программы «FullProf» были определены размеры кристаллитов и величина микронапряжений в активированных образцах и продуктах реакций.

Установлено, что с увеличением времени активации размер частиц Ti в смеси 3Ti+SiC+C уменьшался в несколько раз и уже после 9ти минут активации составил приблизительно 50 нм. Изменение величины внутренних напряжений в смеси Ti + BN носило обратный характер.

Работа выполнена при поддержке проекта РФФИ № 10-03-00217-а.